

명세서

발명의 명칭: 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법

기술분야

- [1] 본 발명은 니켈 매트(Nickel Matte)로부터의 니켈 회수 방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는, 본 발명은 니켈 매트에 함유된 철(Fe)을 침전 제거할 수 있는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 니켈 매트로부터 니켈을 회수하기 위해 상압 조건에서 니켈 매트를 산성 용액에 침출하는 공정을 거치게 된다. 상압 침출 공정의 경우, 니켈 성분의 침출 효율을 증가시키기 위해 반응 시간을 장시간(예를 들어, 16시간 이상) 지속해야 한다. 따라서, 생산 효율이 낮으며, 투입되는 가스 또는 스팀 사용량 증가되고, 산화제로 투입되는 과산화수소(H_2O_2) 투입 비용으로 인해 경제성도 떨어진다. 또한, 상압 침출 공정의 경우, 니켈 이외의 철(Fe) 성분의 대부분이 함께 침출되어 철 제거를 위한 추가 공정이 필요하다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [3] 본 발명은 침출 시간을 단축시켜 생산 효율이 향상되고, 침출 공정 중 철을 침전을 통해 제거시켜 철 제거를 위한 추가 공정이 필요하지 않은, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 과제로 한다.

과제 해결 수단

- [4] 본 발명의 일 실시예는, 황화물 형태의 니켈 매트를 상압에서 침출시키는 상압 침출 공정; 및 상기 상압보다 높은 압력에서 상기 상압 침출 공정에서 얻어진 상기 니켈 매트의 상압 침출 잔사를 침출시키는 가압 침출 공정;을 포함하고, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 40 g/L의 범위인, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법을 개시한다.
- [5] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출후액이 상기 상압 침출 공정에 투입될 수 있다.
- [6] 일 실시예에 있어서, 상기 상압 침출 공정은 pH가 2.5 내지 5.0의 범위에서 수행되며, 상기 상압 침출 공정에서 철 성분이 침전될 수 있다.
- [7] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 30 g/L의 범위일 수 있다.
- [8] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 황화물 형태의 니켈 매트가 추가로 투입될 수 있다.
- [9] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 산소 가스와 황산 용액이 투입될 수 있다.

- [10] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 투입되는 상기 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 140 g/L의 범위일 수 있다.
- [11] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 투입되는 상기 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 130g/L의 범위일 수 있다.
- [12] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 철 성분이 헤마타이트 형태로 침전될 수 있다.
- [13] 일 실시예에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 상기 니켈 매트 of 가압 침출 잔사를 물과 함께 교반하는 리필핑 공정; 및 상기 상압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 상압 침출후액을 정제하여 니켈 성분을 회수하는 정제 공정;을 더 포함하고, 상기 리필핑 공정에서 형성된 니켈 매트의 리필핑후액이 상기 가압 침출 공정에 투입될 수 있다.

발명의 효과

- [14] 본 발명에 따르면, 니켈 매트를 상압보다 높은 압력에서 침출하는 가압 침출 공정 통해 침출 시간을 단축시킬 수 있어 생산 효율이 증가된다.
- [15] 또한, 본 발명에 따르면, 침출 공정에서 산이 생성되어 침출을 위한 산성 용액 투입 비용이 절감된다.
- [16] 또한, 본 발명에 따르면, 가압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액의 산 농도를 조절하여 니켈의 침출 효율이 증가된다.
- [17] 또한, 본 발명에 따르면, 니켈 침출과 동시에 불순물인 철 성분을 침전 제거 가능하므로, 철 성분 제거를 위한 추가 공정이 생략된다.

도면의 간단한 설명

- [18] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법을 나타낸 흐름도이다.

발명의 실시를 위한 형태

- [19] 본 발명의 실시예들은 본 발명의 기술적 사상을 설명하기 위한 목적으로 예시된 것이다. 본 발명에 따른 권리범위가 이하에 제시되는 실시예들이나 이들 실시예들에 대한 구체적 설명으로 한정되는 것은 아니다.
- [20] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법을 나타낸 흐름도이다.
- [21] 도 1을 참조하면, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법은 상압 침출 공정(S100), 가압 침출 공정(S200), 리필핑 공정(S300), 및 정제 공정(S400)을 포함할 수 있다.
- [22] 니켈 매트는 산화광 및 황화광을 제련하여 만들어지는 중간 생산물이다. 니켈 매트는 적어도 니켈, 코발트, 구리, 및 철을 포함할 수 있다. 일 실시예에서, 니켈 매트는 니켈 성분을 70% 이상 포함할 수 있다. 니켈 매트에서 니켈 성분은 다른 원소들의 성분보다 높을 수 있다. 니켈 성분은 황화물 형태로 니켈 매트 to 포함될 수 있다. 예를 들어, 니켈 성분은 Ni_3S_2 형태로 니켈 매트 to 포함될 수 있다.

- [23] 니켈 매트는 분쇄된 상태일 수 있다. 일 실시예에서, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법은 상압 침출 공정(S100) 전에 원료 분쇄 공정을 포함할 수 있다. 원료 분쇄 공정에서 니켈 매트 원료는 분쇄될 수 있다.
- [24] 상압 침출 공정(S100)
- [25] 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트는 상압에서 침출된다. 상압 침출 공정(S100)에서 산소 가스(O_2 gas)가 투입될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트는 니켈 매트의 상압 침출후액으로 침출될 수 있다. 니켈 매트 중 상압 침출후액을 제외한 나머지는 니켈 매트의 상압 침출 잔사이다.
- [26] 상압은 대기압일 수 있다. 예를 들어, 상압은 0.1MPa 또는 1.0bar일 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트가 투입될 수 있다. 또한, 후술할 바와 같이 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액이 상압 침출 공정(S100)에 투입될 수 있다.
- [27] 상압 침출 공정(S100)은 80°C 내지 95°C의 온도 범위에서 진행될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)은 바람직하게 85°C 내지 95°C의 온도 범위에서 진행될 수 있다. 예를 들어, 상압 침출 공정(S100)은 90°C에서 진행될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)이 80°C 미만에서 진행되는 경우, 침출 효율이 떨어지므로 니켈 회수율이 감소될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)이 95°C 초과에서 진행되는 경우, 물이 증발되므로 액량 감소에 따른 공업 용수의 투입이 필요하여 공정 비용이 증가될 수 있다.
- [28] 상압 침출 공정(S100)은 1 시간 내지 4 시간의 범위에서 진행될 수 있다. 예를 들어, 상압 침출 공정(S100)은 3시간 동안 진행될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)이 1 시간 미만으로 진행되는 경우 철 성분의 침전 효율이 감소될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)이 4 시간을 초과하여 진행되는 경우, 공정 비용 증가 및 조업 공정의 단가가 증가될 수 있다.
- [29] 상압 침출 공정(S100)은 pH가 2.5 내지 5.0의 범위에서 수행될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트의 가압 침출후액에 니켈 매트를 투입하여 침출시킴으로써, 니켈 매트의 가압 침출후액에 남아있는 산이 중화될 수 있다.
- [30] 상압 침출 공정(S100)에서 철 성분이 침전될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서, 철 성분은 피타이트($FeO(OH)$) 형태로 침전될 수 있다. 일 실시예에서, 상압 침출 공정(S100)은 pH가 2.5 내지 5.0의 범위에서 수행되어 철 성분이 침전될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트의 가압 침출후액에 니켈 매트가 투입되므로, 가압 침출후액에 남아있는 산이 중화될 수 있다. 따라서, 상압 침출 공정(S100)에서 철 성분은 침전될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 pH가 5.0보다 큰 경우, 니켈 성분 및 코발트 성분의 침전이 발생될 수 있다. 바람직하게, 상압 침출 공정(S100)은 pH가 2.5 내지 4.0의 범위에서 수행될 수 있다.
- [31] 가압 침출 공정(S200)
- [32] 가압 침출 공정(S200)에서 상압 침출 공정(S100)에서 얻어진 니켈 매트의 상압 침출 잔사를 침출시킬 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 황화물 형태의 니켈 매

트가 추가로 투입될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 니켈 매트와 함께 투입될 수 있다. 따라서, 가압 침출 공정(S200)에서 니켈 매트의 상압 침출 잔사와 니켈 매트가 침출될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 니켈 매트 또는 니켈 매트의 상압 침출 잔사는 니켈 매트의 가압 침출후액으로 침출될 수 있다. 니켈 매트 또는 니켈 매트의 상압 침출 잔사 중 가압 침출후액을 제외한 나머지는 니켈 매트의 가압 침출 잔사일 수 있다.

- [33] 가압 침출 공정(S200)은 상압보다 높은 압력에서 진행될 수 있다. 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)은 0.8 MPa 내지 1 MPa 범위의 압력에서 진행될 수 있다. 예를 들어, 가압 침출 공정(S200)은 0.9 MPa의 압력에서 진행될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)이 0.8 MPa 미만의 압력에서 진행되는 경우, 산소 가스 투입량이 줄어들어 철 침전율이 감소될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)이 1 MPa 초과인 압력에서 진행되는 경우, 압력 증가에 따른 조업의 위험성이 있고, 공정 단가가 증가될 수 있다.
- [34] 가압 침출 공정(S200)은 가압 장치에서 진행될 수 있다. 가압 장치는 예를 들어, 오토 클레이브 설비일 수 있다. 가압 장치는 교반기를 포함할 수 있다.
- [35] 가압 침출 공정(S200)은 150°C 이상의 온도 범위에서 진행될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)이 150°C 미만에서 진행되는 경우, 니켈 성분의 침출율이 감소되므로, 니켈 성분의 회수율이 감소될 수 있다.
- [36] 가압 침출 공정(S200)은 5 시간 내지 10 시간의 범위의 시간에서 진행될 수 있다. 예를 들어, 가압 침출 공정(S200)은 7 시간 동안 진행될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)이 5 시간 미만으로 진행되는 경우, 니켈 성분의 회수율이 감소될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)이 10 시간을 초과하여 진행되는 경우, 공정 단가가 증가되어 조업에 적합하지 않을 수 있다.
- [37] 가압 침출 공정(S200)에서 니켈 매트의 고체 밀도는 130 g/L 내지 180 g/L일 수 있다. 예를 들어, 니켈 매트의 고체 밀도는 150 g/L일 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 니켈 매트의 고체 밀도는 가압 침출 공정(S200)이 진행되는 가압 장치 내의 액체의 부피에 대한 니켈 매트의 상압 침출 잔사의 질량과 새로 투입된 니켈 매트의 질량의 합이다. 니켈 매트의 고체 밀도가 130 g/L 미만인 경우, 원료 처리시 액량이 증가하므로 설비 규모 및 액량이 증가할 수 있다. 니켈 매트의 고체 밀도가 200 g/L 초과인 경우, 가압 장치의 교반기가 원활하게 작동하지 않을 수 있다.
- [38] 가압 침출 공정(S200)에서 산소 가스(O_2 gas)와 산성 용액이 투입될 수 있다. 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 산소 가스와 황산 용액이 투입될 수 있다. 산소 가스는 산화제로 사용될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 산이 생성될 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 생성된 산은 가압 침출 공정(S200)에서 사용될 수 있고, 또한 가압 침출후액은 상압 침출 공정(S100)에 투입될 수 있으므로, 산 투입 비용이 절감될 수 있다. 원료 내에 니켈이 침출되는 반응식은 아래 [반응식 1] 내지 [반응식 4]로 표시될 수 있다.

- [39] [반응식 1]
- [40] $\text{Ni}_3\text{S}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + 0.5\text{O}_2 \rightarrow \text{NiSO}_4 + 2\text{NiS} + \text{H}_2\text{O}$
- [41] [반응식 2]
- [42] $4\text{NiS} + \text{H}_2\text{SO}_4 + 0.5\text{O}_2 \rightarrow \text{NiSO}_4 + \text{Ni}_3\text{S}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- [43] [반응식 3]
- [44] $\text{NiS} + 2\text{O}_2 \rightarrow \text{NiSO}_4$
- [45] [반응식 4]
- [46] $\text{Ni}_3\text{S}_4 + \text{H}_2\text{O} + 7.5\text{O}_2 \rightarrow 3\text{NiSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
- [47] [반응식 1]에 의해 니켈 매트 또는 니켈 매트 of 상압 침출 잔사로부터 니켈 성분이 침출될 수 있다. 이 때, 니켈 매트 또는 니켈 매트 of 상압 침출 잔사의 니켈 성분 중 대략 50% 내지 60%가 침출될 수 있다.
- [48] [반응식 1]에 의해 생성된 NiS는 상압에서 안정된 물질이다. 따라서, 상압에서 황산 용액과 NiS가 반응한다면 니켈 성분이 침출되지 않을 수 있다. 본 발명의 실시예에서는, 가압 침출 공정(S200)으로 높은 압력에서 [반응식 2] 내지 [반응식 4]에 따라 NiS가 산소 가스 및 황산 용액과 반응하여 니켈 성분이 침출될 수 있다. 즉, NiS의 니켈 성분도 침출되므로, 니켈 성분의 침출율이 더욱 높아질 수 있다.
- [49] 가압 침출 공정(S200)에서 철 성분은 헤마타이트(Fe_2O_3) 형태로 침전될 수 있다. 상세하게, 산소 가스를 투입하여 가압 침출 시 철 성분은 Fe^{2+} 형태로 침출될 수 있고, 투입되는 산소 가스에 의해 Fe^{3+} 형태로 산화된다. 반응식은 아래 [반응식 5] 및 [반응식 6]으로 표시할 수 있다.
- [50] [반응식 5]
- [51] $\text{FeS} + \text{H}_2\text{SO}_4 + 0.5\text{O}_2 \rightarrow \text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{S}$
- [52] [반응식 6]
- [53] $2\text{Fe}^{2+} + 2\text{H}^+ + 1/2\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{O}$
- [54] 그리고 아래 [반응식 7]에 따라 Fe^{3+} 형태로 침출된 철 성분은 헤마타이트 형태로 침전될 수 있다.
- [55] [반응식 7]
- [56] $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- [57] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 투입되는 황산 용액의 농도는 140 g/L 이하일 수 있다. 황산 용액의 농도가 140 g/L 이하인 경우, 니켈 성분의 대부분이 침출될 수 있다. 황산 용액의 농도가 140 g/L 보다 높은 경우, 니켈 성분의 침출 효율이 떨어질 수 있다. 이는 NiS가 강산 조건(예를 들어, 황산 용액의 농도가 140 g/L 보다 높은 경우)에서는 반응하지 않기 때문일 수 있다. 따라서, 니켈 성분의 침출 효율이 떨어질 수 있다. 또한, 황산 용액의 농도가 140 g/L 보다 높은 경우, 철 성분이 침전되지 않고, 침출될 수 있다.

- [58] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 투입되는 황산 용액의 농도는 130 g/L 이하일 수 있다. 황산 용액의 농도가 130 g/L보다 낮은 경우, 철 성분이 대부분 침전될 수 있다.
- [59] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 투입되는 황산 용액의 농도는 110 g/L 이상일 수 있다. 가압 침출 공정(S200)에서 황산 용액의 농도가 110 g/L보다 낮은 경우, 니켈 성분의 침출율이 감소되므로 적합하지 않을 수 있다.
- [60] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 투입되는 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 140 g/L의 범위일 수 있다. 바람직하게는 가압 침출 공정(S200)에서 투입되는 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 130 g/L의 범위일 수 있다.
- [61] 투입되는 산성 용액의 농도(예를 들어, 황산 용액의 농도)가 조절되면, 가압 침출후액의 산 농도가 조절될 수 있다. 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출후액의 산 농도는 40 g/L 이하일 수 있다. 가압 침출후액의 산 농도는 가압 침출후액에 포함된 황산의 농도일 수 있다. 가압 침출후액의 산 농도가 40 g/L 이하인 경우, 니켈 성분이 대부분 침출될 수 있다. 예를 들어, 니켈 매트에서 니켈 성분의 99% 이상이 침출될 수 있다. 가압 침출후액의 산 농도가 40 g/L보다 높은 경우, 니켈 성분의 침출율이 감소될 수 있다.
- [62] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출후액의 산 농도는 30 g/L 이하일 수 있다. 가압 침출후액의 산 농도가 30 g/L 이하인 경우, 철 성분의 침전율이 크게 높아질 수 있다. 예를 들어, 니켈 매트에서 철 성분은 85% 이상 침전될 수 있다.
- [63] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 이상일 수 있다. 가압 침출후액의 산 농도가 10 g/L보다 낮은 경우, 니켈 침출 효율이 감소될 수 있다.
- [64] 일 실시예에서, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 40 g/L의 범위일 수 있다. 바람직하게는, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 30 g/L의 범위일 수 있다.
- [65] 니켈 매트와 가압 침출후액은 상압 침출 공정(S100)에 투입될 수 있다. 상압 침출 공정(S100)에서 니켈 매트와 가압 침출후액에 니켈 매트를 투입하여 침출시킴으로써, 니켈 매트와 가압 침출후액에 남아있는 산이 중화될 수 있다.
- [66] 리필핑 공정(S300)
- [67] 리필핑 공정(S300)에서, 가압 침출 공정(S200)에서 얻어진 니켈 매트와 가압 침출 잔사는 물과 함께 교반될 수 있다. 리필핑 공정(S300)은 가압 침출 잔사에 잔여하는 수용성 니켈 성분을 회수하기 위한 공정일 수 있다. 리필핑 공정(S300)을 진행하지 않는다면, 니켈 성분의 회수의 손실이 발생할 수 있다.
- [68] 리필핑 공정(S300)은 60°C에서 진행될 수 있다. 일 실시예에서, 리필핑 공정(S300)에 투입되는 물은 60°C일 수 있다.

- [69] 리필핑 공정(S300)은 1 시간 내지 2 시간의 범위의 시간에서 진행될 수 있다. 예를 들어, 리필핑 공정(S300)은 1 시간 동안 진행될 수 있다. 리필핑 공정(S300)이 1 시간 미만으로 진행되는 경우 니켈 성분의 전량 용해가 어려울 수 있다. 리필핑 공정(S300)이 2 시간을 초과하여 진행되는 경우, 공정 단가가 증가될 수 있다.
- [70] 리필핑 공정(S300)에서 액체에 대한 고체의 비가 130 g/L 내지 180 g/L의 범위를 만족할 수 있다. 예를 들어, 리필핑 공정(S300)에서 액체에 대한 고체의 비는 150 g/L일 수 있다. 리필핑 공정(S300)에서 액체에 대한 고체의 비가 200 g/L보다 높은 경우, 리필핑 공정(S300)에서 액체가 원활하게 교반되지 않을 수 있다.
- [71] 리필핑 공정(S300)에서 니켈 매트 of 리필핑후액이 형성될 수 있다. 니켈 매트 of 리필핑후액은 니켈 성분을 포함할 수 있다. 니켈 매트 of 리필핑후액은 가압 침출 공정(S200)에 투입될 수 있다. 따라서, 니켈 매트로부터 니켈 성분을 회수하기 위해 상압 침출 공정(S100), 가압 침출 공정(S200), 및 리필핑 공정(S300)은 순환되어 진행될 수 있으며, 니켈 성분의 회수가 계속될 수 있다.
- [72] 니켈 매트 of 가압 침출 잔사 중 리필핑 공정(S300) 이후 니켈 매트 of 리필핑후액을 제외한 나머지는 니켈 매트 of 최종 잔사일 수 있다. 일 실시예에서, 니켈 매트 of 최종 잔사는 헤마타이트를 포함할 수 있다.
- [73] 정제 공정(S400)
- [74] 니켈 매트 of 상압 침출후액은 정제 공정(S400)에서 정제될 수 있다. 정제 공정(S400)에서 니켈 매트 of 상압 침출후액은 정제되어 니켈 성분이 회수될 수 있다.
- [75] 본 발명의 실시예 of 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법은 니켈 매트를 가압 침출하는 가압 침출 공정(S200)을 포함하여 공정 시간을 단축할 수 있다. 따라서, 생산 효율이 증가될 수 있다. 또한, 가압 침출 공정(S200)에서 산이 생성되어 산 투입 비용이 절감될 수 있다. 또한, 투입되는 산성 용액의 농도를 조절하여 가압 침출후액의 산 농도를 40 g/L 이하의 조건으로 침출 시 니켈 침출 효율이 증가될 수 있고, 니켈 성분의 침출과 동시에 불순물인 철 성분을 침전시킬 수 있다. 특히, 투입되는 산성 용액의 농도를 조절하여 가압 침출후액의 산 농도를 30 g/L 이하의 조건으로 침출 시 불순물인 철 성분이 85% 이상 침전될 수 있다. 따라서, 철 성분의 제거를 위한 추가 공정이 생략될 수 있다.
- [76] 실시예
- [77] 원료는 니켈(Ni)을 73.4%, 코발트(Co)를 0.49%, 구리(Cu)를 0.18%, 철(Fe)을 3.61% 함유한 니켈 매트를 사용하였다. 함유비율은 질량%이다. 니켈 매트 원료의 성분은 아래 표 1에 나타났다.

[표1]

	니켈(Ni)	코발트(Co)	구리(Cu)	철(Fe)
함량(%)	73.4	0.49	0.18	3.61

- [79] 침출 공정은 상술한 본 발명의 실시예에 따른 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법을 사용하였다. 투입된 원료의 고체 밀도는 150 g/L로 설정하였

다. 상압 침출 공정(S100)은 온도가 90°C, pH가 3.5에서 3시간동안 진행하였다. 가압 침출 공정(S200)은 온도가 150°C, 압력은 0.9 MPa에서 7시간동안 진행하였다. 리필핑 공정(S300)은 온도가 60°C에서 1시간동안 진행하였다. 리필핑 공정(S300)에서 액체에 대한 고체의 비는 150 g/L였다.

[80] **실시예 1 내지 4**

[81] 실시예 1 내지 4에서는 가압 침출후액 중 황산 용액의 농도 조건을 조절하여 본 발명의 실시예에 따른 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법으로부터의 최종적인 니켈 성분의 침출을 및 철 성분의 침전율을 비교하였다. 실시예 1은 초기 황산 용액의 농도를 110 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 10 g/L로 조절하였다. 실시예 2는 초기 황산 용액의 농도를 120 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 20 g/L로 조절하였다. 실시예 3은 초기 황산 용액의 농도를 130 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 30 g/L로 조절하였다. 실시예 4는 초기 황산 용액의 농도를 140 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 40 g/L로 조절하였다.

[82] **비교예 1 내지 3**

[83] 비교예 1 내지 3에서는 가압 침출후액 중 황산 농도의 조건을 조절하여 최종적인 니켈 성분의 침출을 및 철 성분의 침전율을 비교하였다. 비교예 1은 초기 황산 용액의 농도를 180 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 80 g/L로 조절하였다. 비교예 2는 초기 황산 용액의 농도를 190 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 90 g/L로 조절하였다. 비교예 3은 초기 황산 용액의 농도를 200 g/L로 하고, 가압 침출후액 중 황산 농도를 100 g/L로 조절하였다. 그 밖의 실험 조건은 실시예의 조건과 동일하다.

[84] **[표2]**

	초기 황산 농도(g/L)	가압 침출후액 중 황산 농도(g/L)	니켈 성분의 침출율(%)	철 성분의 침전율(%)
실시예 1	110	10	99.8	93.4
실시예 2	120	20	99.9	90.4
실시예 3	130	30	99.9	89.3
실시예 4	140	40	99.9	30.1
비교예 1	180	80	61.4	4.20
비교예 2	190	90	60.8	2.18
비교예 3	200	100	61.2	2.11

[85] 표 2에 따르면, 가압 침출후액 중 황산 농도가 10 g/L 내지 40 g/L가 되도록 초기 황산 용액의 농도를 조절한 경우, 니켈 침출율은 99% 이상이었다. 또한, 가압 침출후액 중 황산 농도가 10 g/L 내지 30 g/L가 되도록 초기 황산 용액의 농도를 조절한 경우, 철 성분의 약 85% 이상이 침전되었다. 반면, 가압 침출후액 중 황산 농

도가 80 g/L 이상이 되도록 초기 황산 농도를 높게 조절한 경우, 니켈 성분의 침출율이 약 60%까지 감소하였으며 철 성분이 대부분 침전되지 못하였다.

- [86] 이상 일부 실시예들과 첨부된 도면에 도시된 예에 의해 본 발명의 기술적 사상이 설명되었지만, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 이해할 수 있는 본 발명의 기술적 사상 및 범위를 벗어나지 않는 범위에서 다양한 치환, 변형 및 변경이 이루어질 수 있다는 점을 알아야 할 것이다. 또한, 그러한 치환, 변형 및 변경은 첨부된 청구범위 내에 속하는 것으로 생각되어야 한다.

청구범위

- [청구항 1] 황화물 형태의 니켈 매트를 상압에서 침출시키는 상압 침출 공정; 및 상기 상압보다 높은 압력에서 상기 상압 침출 공정에서 얻어진 상기 니켈 매트의 상압 침출 잔사를 침출시키는 가압 침출 공정;을 포함하고, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 40 g/L의 범위인, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 2] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출후액이 상기 상압 침출 공정에 투입되는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 3] 제1항에 있어서, 상기 상압 침출 공정은 pH가 2.5 내지 5.0의 범위에서 수행되며, 상기 상압 침출 공정에서 철 성분이 침전되는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 4] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트의 가압 침출후액의 산 농도는 10 g/L 내지 30 g/L의 범위인, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 5] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 황화물 형태의 니켈 매트가 추가로 투입되는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 6] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 산소 가스와 황산 용액이 투입되는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 7] 제6항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 투입되는 상기 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 140 g/L의 범위인, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 8] 제7항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 투입되는 상기 황산 용액의 농도는 110 g/L 내지 130g/L의 범위인, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 9] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 철 성분이 헤마타이트 형태로 침전되는, 황화물 형태의 니켈 매트로부터의 니켈 회수 방법.
- [청구항 10] 제1항에 있어서, 상기 가압 침출 공정에서 얻어진 상기 니켈 매트의 가압 침출 잔사를 물과 함께 교반하는 리필핑 공정; 및

상기 상압 침출 공정에서 얻어진 니켈 매트릭스의 상압 침출후액을 정제하여
니켈 성분을 회수하는 정제 공정;을 더 포함하고,
상기 리필핑 공정에서 형성된 니켈 매트릭스의 리필핑후액이 상기 가압 침출
공정에 투입되는, 황화물 형태의 니켈 매트릭스로부터의 니켈 회수 방법.